

F01111 200 4 7 0 0 0

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



REC'D 23 AUG 2004

WIPO

PCT

EP04/7454

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

 Aktenzeichen:

103 34 308.3

Anmeldetag:

28. Juli 2003

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Anmelder/Inhaber:

BASF Coatings AG, 48165 Münster/DE

Bezeichnung:

Feste Pigmentpräparationen und ihre Dispersionen
in organischen Lösemitteln, Verfahren zu ihrer Her-
stellung und ihre Verwendung

IPC:

C 09 B, C 09 D

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 15. Juli 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Stanschus

24. Juli 2003

Feste Pigmentpräparationen und ihre Dispersionen in organischen Lösemitteln, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung

Die vorliegende Erfindung betrifft neue, feste, insbesondere pulverförmige, Pigmentpräparationen. Außerdem betrifft die vorliegende Erfindung neue Dispersionen von Pigmentpräparationen in organischen Lösemitteln. Des Weiteren betrifft die vorliegende Erfindung ein neues Verfahren zur Herstellung von festen Pigmentpräparationen und ihren Dispersionen in organischen Lösemitteln. Nicht zuletzt betrifft die vorliegende Erfindung die Verwendung der neuen, festen, insbesondere pulverförmigen Pigmentpräparationen und ihrer Dispersionen in organischen Lösemitteln für die Herstellung von pigmentierten Pulvern, insbesondere von Kunststoffgranulaten und Pulverlacken, und von Mischsystemen.

15 Pulverlacke und Verfahren zu ihrer Herstellung sind beispielsweise aus den Firmenschriften von BASF Coatings AG, »Pulverlacke, für industrielle Anwendungen«, Januar 2000, oder »Coatings Partner, Pulverlack Spezial«, 1/2000, bekannt. Es handelt sich bei den Pulverlacken um thermoplastische Pulverlacke oder um härtbare Pulverlacke, d. h. schmelzbare und härtbare Vorstufen duromerer Kunststoffe, die in Pulverform auf vorzugsweise metallische Substrate aufgetragen werden. Üblicherweise werden hierzu Pulverbeschichtungsanlagen verwendet, wie sie in den vorstehend aufgeführten Firmenschriften beschrieben werden. Hierbei zeigen sich die beiden grundlegenden Vorteile von Pulverlacken, die völlige oder weitgehende Freiheit von organischen Lösemitteln und die leichte Rückführung des Pulverlack-Overspray in das Beschichtungsverfahren.

Unabhängig davon, welche Pulverbeschichtungsanlagen und -verfahren verwendet werden, werden die Pulverlacke in einer dünnen Schicht auf das Substrat aufgetragen und aufgeschmolzen, so dass sich eine geschlossene

24. Juli 2003

Pulverlackschicht bildet, wonach die resultierende Beschichtung abgekühlt wird. Bei den härtbaren Pulverlacken erfolgt die Aushärtung bei oder nach dem Aufschmelzen der Pulverlackschicht. Vorzugsweise liegt die Mindesttemperatur für die Aushärtung oberhalb des Schmelzbereichs des Pulverlacks, sodass das Aufschmelzen und die Aushärtung voneinander
5 getrennt sind. Dies hat den Vorteil, dass die Pulverlackschmelze aufgrund ihrer vergleichsweise niedrigen Viskosität gut verläuft, bevor die Aushärtung einsetzt.

10 Die Herstellung der Pulverlacke umfasst sehr viele Verfahrensschritte und ist daher vergleichsweise aufwändig. So müssen zunächst die Bindemittel der Pulverlacke grob vermahlen werden. Anschließend werden die Einzelkomponenten der Pulverlacke wie Bindemittel und funktionale Bestandteile wie Vernetzungsmittel, Pigmente oder pulverlacktypische
15 Additive miteinander vermischt und auf Spezialextrudern extrudiert. Das Extrudat wird ausgetragen und beispielsweise auf einem Kühlband gekühlt. Die Extrudatstücke werden vorgebrochen, fein gemahlen und abgeseibt (wobei das Überkorn der Feinmühle erneut zugeführt wird), wonach der resultierende Pulverlack abgewogen und abgepackt wird.

20 Da die Pulverlackextruder keine hocheffizienten Mischaggregate oder Dispergieraggregate für schwerer dispergierbare oder "dispergierharte" Pigmente sind, liegen solche Pigmente in den Pulverlacken nicht vollständig ausdispergiert vor. Das hat zur Folge, dass die betreffenden Pulverlacke bei
25 einem eventuellen Farbkorrekturschritt oder beim Nachtönen schon ohne die Zugabe von Korrekturpigmenten bei einem weiteren Durchgang durch einen Pulverlackextruder ihre Farbtöne ändern, weil noch nicht ausdispergierte Pigmente weiter dispergiert werden, was eine zusätzliche Farbstärkentwicklung bewirkt. Dieses außerordentlich nachteilige Phänomen
30 wird auch als »tinting strength reserve« bezeichnet (vgl. die europäische

24. Juli 2003

Patentanmeldung EP 1 026 212 A 1, Seite 2, Abs. [0004]). Insgesamt führt dieses Phänomen zu einem erhöhten Pigmentverbrauch und zu Qualitätsproblemen.

- 5 Dies ist insbesondere bei transparenten Pigmenten und Effektpigmenten der Fall.

Pigmentierte Pulverlacke erscheinen dann als transparent, wenn die Pigmentteilchen < 15 nm sind. Diese kleinen Primär-Pigmentteilchen neigen jedoch stark zur Agglomeration. Die Agglomerate können nur unter großen Aufwand in speziellen Mühlen zerkleinert werden. Bei ihrer Einarbeitung in die Pulverlacke gelingt es selbst bei Anwendung von Spezialextrudern in der Regel nicht, transparente Einfärbungen mit dispergierharten Pigmenten, wie nasschemisch hergestellte, transparente Eisenoxidpigmente, Pigmentruße
15 oder Perylenpigmente, stippenfrei zu erzeugen.

Bei Effektpigmenten auf der Basis blättchenförmiger Pigmentteilchen ist bei der Einarbeitung in die Pulverlacke häufig eine Veränderung der Teilchengröße und -form zu beobachten. Die erhaltenen Einfärbungen sind
20 dann coloristisch weniger attraktiv als die mit diesen Effektpigmenten erzeugten Lackierungen auf der Basis von Nasslacken und lassen die Brillanz und den typischen seidigen Glanz aus der Tiefe vermissen. Aluminiumeffektpigmente vergrauen, und bei Mica-Effektpigmenten ist kein optischer Effekte mehr zu beobachten.

25

Diese nachteiligen Phänomene bereiten insbesondere bei der Übertragung von Pulverlackrezepturen vom Labormaßstab, bei dem mit einem kleinen Laborextruder gearbeitet wird, in den Produktionsmaßstab, bei dem mit einem großen Produktionsextruder gearbeitet wird, große Probleme, weil
30 unterschiedlich dimensionierte Extruder häufig unterschiedlich gut

dispersieren. Aus diesen Gründen kann bei der Farbtonausarbeitung von Pulverlacken auch eine Farbrezepturberechnung, die auf Eichfärbungen der jeweils verwendeten Pigmente basiert, nur sehr bedingt und mit einem größeren Fehler behaftet, eingesetzt werden.

5

Man hat versucht, diese Probleme mit Hilfe von festen Pigmentpräparationen zu lösen, worin die Pigmente in höherer Konzentration, als es der späteren Anwendung entspricht, vordispersiert vorliegen.

- 10 Solche Pigmentpräparationen werden beispielsweise von der Firma Ciba Specialty Chemicals unter der Marke Microlen ® angeboten. Sie enthalten die Pigmente in Harnstoff-Alkydharzen eindispersiert. Zwar sind die Microlen ®-Pigmentpräparationen staubfrei verarbeitbar und weisen eine relativ konstante Farbstärke auf, sie haben aber den schwerwiegenden Nachteil,
- 15 das die eingesetzten Harnstoff-Alkydharze keine originären Bestandteile der Pulverlacke, in die die Pigmentpräparationen eingearbeitet werden sollen, sind. So werden in Pulverlacken üblicherweise carboxyfunktionelle oder hydroxyfunktionelle Polyesterharze, Epoxidharze oder Polyacrylatharze eingesetzt. Es besteht daher die Gefahr, dass die eingesetzten Harnstoff-
- 20 Alkydharze nicht mit diesen Harzen verträglich sind und sich entmischen. Außerdem kann es zu einer mangelhaften chemischen Anbindung des Trägermaterials der Microlen ®-Pigmentpräparationen an die Bindemittel Matrix der betreffenden Pulverlacke oder der hieraus hergestellten Pulverlackierungen kommen. Darüber hinaus sind Pulverlackrezepturen
- 25 üblicherweise auf spezielle Eigenschaften hin optimiert, die sich aus den Anforderungen der jeweiligen Verwendungszwecke ergeben. So werden beispielsweise für Pulverlacke, die im Außenbereich für die Beschichtung von Fassadenelementen eingesetzt werden sollen, ausschließlich Rezeptbestandteile verwendet, die eine besonders hohe Wetterbeständigkeit
- 30 und Licht- und UV-Stabilität haben. Die Anforderungsprofile, die sich aus den

zahlreichen Verwendungszwecken für Pulverlacke ergeben, können so verschieden sein, dass nicht sichergestellt werden kann, dass das Trägermaterial der Microlon ®-Pigmentpräparationen den jeweiligen Anforderungen zu genügen vermag.

5

Die Herstellung von festen Pigmentpräparationen geht des Weiteren aus der internationalen Patentanmeldung WO 95/31507 A 1 und der europäischen Patentanmeldung EP 1 026 212 A 1 hervor. Hierin wird vorgeschlagen, wässrige Dispersion von Pigmenten und wässrige Bindemitteldispersionen miteinander zu vermischen und sprühzutrocknen. Des Weiteren wird vorgeschlagen, die resultierenden Pigmentpräparationen zusammen mit den sonstigen Bestandteilen von Pulverlacken in üblicher und bekannter Weise zu farbgebenden Pulverlacken zu verarbeiten. Das Verfahren kann aber nur schlecht oder gar nicht mit Effektpigmenten durchgeführt werden.

15

Die vorstehend beschriebenen Verfahren können möglicherweise die Einarbeitung von Pigmenten bei der üblichen und bekannten Herstellung von farb- und/oder effektgebenden Pulverlacken verbessern. Sie können jedoch nicht den wesentlichen Nachteil beheben, dass die Farbtöne und/oder die optischen Effekte nach wie vor von der ursprünglichen Einwaage abhängig sind und dass kein Nachtönen von farb- und/oder effektgebenden Pulverlacken, die von der vorgegebenen Spezifikation abweichen, möglich ist.

25 Aus den deutschen Patentanmeldungen DE 100 57 164 A 1 und DE 100 57
165 A 1 sind feste Pigmentpräparationen in Granulatform bekannt, die ein
Pigment und mindestens ein thermoplastisches Polymer enthalten. Sie
werden durch Dispergieren des Pigments in einer Lösung des Polymeren
und anschließende Granulatbildung unter Entfernen des Lösemittels
30 hergestellt. Die Granulatbildung kann beispielsweise dadurch erfolgen, dass

24. Juli 2003

die Pigmentdispersion in einem Wirbelschichttrockner auf Pulver aus dem thermoplastischen Polymeren appliziert wird und dabei das Lösemittel verdampft wird. Die Pigmentpräparationen werden zum Färben von Kunststoffformmassen und Verbundschichtfolien verwendet; ob sie auch für
5 die Herstellung von Pulverlacken geeignet sind, geht aus den beiden Patentanmeldungen nicht hervor.

Die bekannten festen Pigmentpräparationen weisen für sich selbst gesehen noch immer eine gewisse »tinting strength reserve« auf, die sich in
10 nachteiliger Weise auf die hiermit hergestellten Pulverlacke, Kunststoffformmassen und Verbundschichtfolien überträgt.

Werden die bekannten festen Pigmentpräparationen in organischen Lösemitteln redispergiert und in dieser Form für das Nachtönen von
15 pigmentierten Pulverlacken verwendet, treten weitere Probleme auf, die sich vor allem aus einer unvollständigen Dispergierung der Pigmente bei der Herstellung der festen Pigmentpräparationen und einer unbefriedigenden Stabilität der redispergierten Pigmentpräparationen ergeben. So weisen
20 deckende Abstriche der redispergierten Pigmentpräparationen häufig einen zu niedrigen Glanz und eine im Hinblick auf die eingesetzte Menge an Pigmenten zu geringe Farbstärke auf.

Um den Verfahrensschritt der Redispergierung von festen Pigmentpräparationen zu vermeiden, kann man bei der Herstellung und dem
25 Nachtönen von pigmentierten Pulverlacken die ursprünglichen Dispersionen von Pigmenten in organischen Bindemittellösungen direkt verwenden, wie dies in den internationalen Patentanmeldungen WO 02/088261 A 1 und WO 02/42384 A 1 vorgeschlagen wird. Dadurch können aber nicht die Probleme, die sich aus einer unbefriedigenden Stabilität von Pigmentdispersionen
30 ergeben, ausgeräumt werden. Außerdem kann der Aufbau einer »tinting

24. Juli 2003

strength reserve« in den resultierenden Pulverlacken nicht mit Sicherheit vermieden werden. Des Weiteren weisen die ursprünglichen Pigmentdispersionen, insbesondere die weniger stabilen, naturgemäß eine geringere Lagerungsstabilität als die hieraus hergestellten festen

5. Pigmentpräparationen auf. Sie können daher nur ausnahmsweise längere Strecken transportiert werden und müssen in vielen Fällen unmittelbar vor ihrer Verwendung hergestellt oder bei ihrer Lagerung dauernd gerührt werden, um ein Absetzen zu vermeiden.

10 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, neue, feste Pigmentpräparationen bereitzustellen, die die Nachteile des Standes der Technik nicht mehr länger aufweisen, sondern die

- 15 - in einfacher Weise und sehr gut reproduzierbar hergestellt werden können,
- in besonders einfacher Weise an die stoffliche Zusammensetzung und das anwendungstechnische Eigenschaftsprofil der hiermit herzustellenden pigmentierten Pulver, insbesondere Pulverlacke und Kunststoffgranulate, sowie an das anwendungstechnische
- 20 Eigenschaftsprofil der hieraus herzustellenden pigmentierten Produkte, insbesondere die pigmentierten Beschichtungen und Kunststoffformteile und -folien, angepasst werden können,
- nur noch eine sehr geringe oder gar keine »tinting strength reserve« mehr aufweisen, sodass
- 25 - eine Farbtonausarbeitung durch eine Farbrezepturberechnung, die auf Eichfärbungen der jeweils verwendeten Pigmente basiert, problemlos durchgeführt werden kann, und
- sehr leicht in organischen Lösemitteln redispergiert werden können, wobei die resultierenden Pigmentdispersionen
- 30 - besonders stabil sind,

24. Juli 2003

- deckende Abstriche von besonders hohem Glanz und besonders hoher Farbstärke liefern,
- hervorragend für die Herstellung und das Nachtönen von pigmentierten Pulvern, insbesondere von Pulverlacken und Kunststoffgranulaten, geeignet sind und
- die Bereitstellung von Mischsystemen, insbesondere Mischsysteme i. V. m. Farbmischformel-Systemen, gestatten.

Die mit Hilfe der neuen, festen Pigmentpräparationen und der neuen, in organischen Lösemitteln redispergierten Pigmentpräparationen hergestellten oder nachgetönten, pigmentierten Pulver, insbesondere die pigmentierten Pulverlacke und die pigmentierten Kunststoffgranulate, sollen pigmentierte Produkte, insbesondere pigmentierte Beschichtungen und Kunststoffformteile und -folien liefern, die eine besonders hohen Glanz, ein besonders hohes Deckvermögen und sehr gute mechanische Eigenschaften aufweisen.

Darüber hinaus sollen die neuen, festen Pigmentpräparationen sowie die neuen, in organischen Lösemitteln redispergierten Pigmentpräparationen, d. h. die neuen Pigmentdispersionen, nicht nur die Herstellung und/oder das Nachtönen von Pulvern, sondern auch von flüssigen Beschichtungsstoffen auf der Basis von organischen Lösemitteln gestatten.

Auch die mit Hilfe der neuen, festen Pigmentpräparationen und der neuen, in organischen Lösemitteln redispergierten Pigmentpräparationen hergestellten oder nachgetönten, pigmentierten, flüssigen Beschichtungsstoffe sollen pigmentierte Produkte, insbesondere pigmentierte Beschichtungen und Kunststoffformteile und -folien liefern, die eine besonders hohen Glanz, ein besonders hohes Deckvermögen und sehr gute mechanische Eigenschaften aufweisen.

24. Juli 2003

Dem gemäß wurden die neuen, festen Pigmentpräparationen, enthaltend

(A) mindestens ein Pigment in höherer Konzentration, als es der späteren Anwendung entspricht, und

(B) mindestens ein Trägermaterial, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Oligomeren und Polymeren, die eine Glasübergangstemperatur $> 30^{\circ}\text{C}$ und einen Schmelzpunkt oder Schmelzbereich unterhalb ihrer Zersetzungstemperatur aufweisen,

herstellbar, indem man in einem diskontinuierlich arbeitenden Dispergieraggregat das Pigment oder die Pigmente (A) oder das Pigment oder die Pigmente (A) und mindestens einen Bestandteil (D) in der Schmelze des Trägermaterials oder der Trägermaterialien (B) oder in der Schmelze des Trägermaterials oder der Trägermaterialien (B) und mindestens eines Bestandteils (D) bei einem Leistungseintrag von 0,1 bis 1,0 kW/kg während einer Zeit von 0,5 bis 5 Stunden dispergiert, wonach man die Mischung (A/B) oder (A/B/D) aus dem Dispergieraggregat austrägt und sich abkühlen und verfestigen lässt.

Im Folgenden werden die neuen, festen Pigmentpräparationen als »erfindungsgemäße Pigmentpräparationen« bezeichnet.

Weitere Erfindungsgegenstände gehen aus der Beschreibung hervor.

Im Hinblick auf den Stand der Technik war es überraschend und für den Fachmann nicht vorhersehbar, dass die Aufgabe, die der vorliegenden Erfindung zugrunde lag, mit Hilfe der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen gelöst werden konnte.

24. Juli 2003

Insbesondere war es überraschend, dass die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen

- in einfacher Weise und sehr gut reproduzierbar hergestellt werden konnten,
- in besonders einfacher Weise an die stoffliche Zusammensetzung und das anwendungstechnische Eigenschaftsprofil der hiermit herzustellenden pigmentierten Pulver, insbesondere der Pulverlacke und Kunststoffgranulate, sowie an das anwendungstechnische Eigenschaftsprofil der hieraus herzustellenden pigmentierten Produkte, insbesondere der pigmentierten Beschichtungen und Kunststoffformteile und -folien, angepasst werden konnten,
- nur noch eine sehr geringe oder gar keine »tinting strength reserve« mehr aufwiesen, sodass
- eine Farbtonausarbeitung durch eine Farbrezepturberechnung, die auf Eichfärbungen der jeweils verwendeten Pigmente basiert, problemlos und – wenn überhaupt – nur mit geringen Fehlern behaftet durchgeführt werden konnte, und
- sehr leicht in organischen Lösemitteln redispersiert werden konnten, wobei die resultierenden Pigmentdispersionen
- besonders stabil waren,
- deckende Abstriche von besonders hohem Glanz und besonders hoher Farbstärke lieferten,
- hervorragend für die Herstellung und das Nachtönen von pigmentierten Pulvern, insbesondere von Pulverlacken und Kunststoffgranulaten, geeignet waren und
- die Bereitstellung von Mischsystemen, insbesondere von Mischsystemen i. V. m. Farbmischformel-Systemen, gestatteten.

24. Juli 2003

Außerdem war es überraschend, dass auch erfindungsgemäße Pigmentpräparationen dispergierharter Pigmente (A) oder mechanisch empfindlicher blättchenförmiger Effektpigmente (A) problemlos hergestellt werden konnten.

5

Darüber hinaus war es überraschend, dass die mit Hilfe der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen und der neuen, in organischen Lösemitteln redispergierten, erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen (nachstehend der Kürze halber »erfindungsgemäße Dispersionen« genannt) hergestellten oder nachgetönten, neuen pigmentierten Pulver, insbesondere die neuen pigmentierten Pulverlacke und die neuen pigmentierten Kunststoffgranulate, neue pigmentierte Produkte, insbesondere neue pigmentierte Beschichtungen und Kunststoffformteile und -folien, lieferten, die einen besonders hohen Glanz, ein besonders hohes Deckvermögen und

15 sehr gute mechanische Eigenschaften aufwiesen.

20

Noch mehr überraschte die außerordentlich breite Anwendbarkeit der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen, Dispersionen, Pulver, insbesondere der Pulverlacke und Kunststoffgranulate, sowie der erfindungsgemäßen Produkte, insbesondere der Beschichtungen, Kunststoffformteile und Kunststofffolien.

25

Nicht zuletzt überraschte, dass die neuen, festen Pigmentpräparationen sowie die neuen, in organischen Lösemitteln redispergierten Pigmentpräparationen, d. h. die neuen Pigmentdispersionen, nicht nur die Herstellung und/oder das Nachtönen von Pulvern, sondern auch von flüssigen Beschichtungsstoffen auf der Basis von organischen Lösemitteln gestatteten.

Auch die mit Hilfe der neuen, festen Pigmentpräparationen und der neuen, in organischen Lösemitteln redispersierten Pigmentpräparationen hergestellten oder nachgetönten, pigmentierten, flüssigen Beschichtungsstoffe lieferten pigmentierte Produkte, insbesondere pigmentierte Beschichtungen und Kunststoffformteile und -folien, die eine besonders hohen Glanz, ein besonders hohes Deckvermögen und sehr gute mechanische Eigenschaften aufwiesen.

Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen enthalten mindestens ein Pigment (A). Die Anzahl der vorhandenen Pigmente (A) richtet sich insbesondere nach dem Verwendungszweck der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen und nach der Dispergierbarkeit der jeweils verwendeten Pigmente (A). So ist es von Vorteil, für die Herstellung einer erfindungsgemäßen Pigmentpräparation nur Pigmente (A) von vergleichbarer Dispergierbarkeit zu verwenden.

Die Pigmente (A) werden in den erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen in höherer Konzentration verwendet, als es der späteren Anwendung entspricht (vgl. hierzu auch Römpp-Online 2002, »Pigmentpräparationen«).

Vorzugsweise werden die Pigmente (A) aus der Gruppe, bestehend aus organischen und anorganischen, transparenten und opaken, farb- und/oder effektgebenden, fluoreszierenden, phosphoreszierenden, elektrisch leitfähigen und magnetisch abschirmenden Pigmenten und transparenten und opaken Metallpulvern sowie organischen und anorganischen, transparenten und opaken Füllstoffen und Nanopartikeln ausgewählt.

Beispiele geeigneter Pigmente (A) werden beispielsweise in

- der internationalen Patentanmeldung WO 02/088261 A 1, Seite 13, Zeile 28, bis Seite 15, Zeile 20, und Seite 15, Zeile 30, bis Seite 16, Zeile 19;
- 5 - der internationalen Patentanmeldung WO 02/42384 A 1, Seite 22, Zeile 1, bis Seite 23, Zeile 23, und Seite 24, Zeilen 1 bis 22;
- der deutschen Patentanmeldung DE 100 57 164 A 1, Seite 2, Absatz [0011], bis Seite 4, Absatz [0022]; oder
- 10 - der deutschen Patentanmeldung DE 100 57 165 A 1, Seite 2, Absatz [0012], bis Seite 4, Absatz [0024];

im Detail beschrieben.

15 Außerdem enthalten die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen mindestens ein, insbesondere ein, Trägermaterial (B).

Das Trägermaterial (B) wird aus der Gruppe, bestehend aus Oligomeren und
20 Polymeren (vgl. Römpp-Online 2002, »Oligomere« und »Polymeren«), die eine Glasübergangstemperatur $> 30^{\circ}\text{C}$, vorzugsweise zwischen 30 und 200°C (vgl. Römpp-Online 2002, »Glasübergangstemperatur«), und einen Schmelzpunkt oder Schmelzbereich unterhalb ihrer Zersetzungstemperatur haben, ausgewählt. Bevorzugt zersetzen sich die Oligomeren und Polymeren
25 (B) in einem Temperaturbereich von mindestens 100°C oberhalb ihrer Glasübergangstemperatur nicht.

Die stoffliche Zusammensetzung sowie die chemischen und physikalischen Eigenschaften der Trägermaterialien (B) richten sich in erster Linie nach
30 ihrem Dispergiervermögen für die jeweils zu dispergierenden Pigmente (A)

24. Juli 2003

und nach ihrem Verwendungszweck, insbesondere nach der stofflichen Zusammensetzung der mit einer erfindungsgemäßen Pigmentpräparation herzustellenden oder nachzutönenden Pulver, insbesondere der Pulverlacke und Kunststoffgranulate, sowie der flüssigen Beschichtungsstoffe.

- 5 Vorzugsweise wird das Trägermaterial (B) so ausgewählt, dass es ein chemisches, physikalisches und anwendungstechnisches Eigenschaftsprofil aufweist, das mit dem Eigenschaftsprofil mindestens eines der in den erfindungsgemäßen Pulvern oder flüssigen Beschichtungsstoffen auf der Basis organischer Lösemittel (konventionelle Beschichtungsstoffe)
- 10 vorliegenden wesentlichen Bestandteile, insbesondere mindestens eines Bindemittels, vergleichbar und bevorzugt identisch ist.

- Insbesondere werden die oligomeren und polymeren Bindemittel von thermoplastischen oder von thermisch und/oder mit aktinischer Strahlung
- 15 härtbaren Pulverlacken oder konventionellen Beschichtungsstoffen als Trägermaterialien (B) verwendet.

- Insbesondere werden thermoplastische Oligomere und Polymere (B) eingesetzt, wenn die betreffenden erfindungsgemäßen
- 20 Pigmentpräparationen der Herstellung oder dem Nachtönen von thermoplastischen Pulvern, insbesondere von thermoplastischen Pulverlacken und Kunststoffgranulaten, dienen.

- Beispiele geeigneter thermoplastischer Oligomere und Polymere (B) werden
- 25 beispielsweise in

- der internationalen Patentanmeldung WO 02/088261 A 1, Seite 23, Zeile 21, bis Seite 27, Zeile 20; oder

- der deutschen Patentanmeldung DE 100 57 164 A 1, Seite 4, Absatz [0023], bis Seite 5, Absatz [0039];

im Detail beschrieben.

- 5 Insbesondere werden Oligomere und Polymere (B) eingesetzt, die reaktive funktionelle Gruppen für die thermische Härtung und/oder für die Härtung mit aktinischer Strahlung enthalten, wenn die betreffenden erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen der Herstellung oder dem Nachtönen von thermisch und/oder mit aktinischer Strahlung härtbaren Pulvern, insbesondere von
- 10 thermisch und/oder mit aktinischer Strahlung härtbaren Pulverlacken und Kunststoffgranulaten, sowie konventionellen Beschichtungsstoffen dienen.

- Im Rahmen der vorliegenden Erfindung wird unter aktinischer Strahlung elektromagnetische Strahlung, wie nahes Infrarot (NIR), sichtbares Licht, UV-
- 15 Strahlung, Röntgenstrahlung und Gammastrahlung, insbesondere UV-Strahlung, und Korpuskularstrahlung, wie Elektronenstrahlung, Betastrahlung, Protonenstrahlung, Neutronenstrahlung oder Alphastrahlung, insbesondere Elektronenstrahlung, verstanden.

- 20 Beispiele geeigneter thermisch und/oder mit aktinischer Strahlung härtpbarer Oligomere und Polymere (B) werden in der internationalen Patentanmeldung WO 02/42384 A 1, Seite 27, Zeile 17, bis Seite 38, Zeile 26, i. V. m. Seite 18, Zeile 27, bis Seite 21, Zeile 29, im Detail beschrieben.

- 25 Der Gehalt der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen an den Pigmenten (A) und den Trägermaterialien (B) kann sehr breit variieren und richtet sich in erster Linie nach der Dispergiervermögen der Trägermaterialien (B) und der Dispergierbarkeit der Pigmente (A) sowie nach dem vorgesehenen Verwendungszweck. Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen
- 30 Pigmentpräparationen, jeweils bezogen auf die Pigmentpräparation, 1 bis 85,

bevorzugt 1 bis 80 und insbesondere 1 bis 70 Gew.-% mindestens eines Pigments (A) und 15 bis 99, bevorzugt 20 bis 99 und insbesondere 30 bis 99 Gew.-% mindestens eines Trägermaterials (B).

- 5 Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen können noch mindestens einen funktionalen Bestandteil (D) enthalten. Vorzugsweise wird der Bestandteil (D) aus der Gruppe, bestehend aus Additiven und Farbstoffen, insbesondere pulverlacktypischen Additiven und Farbstoffen, ausgewählt. Bevorzugt werden die Additive aus der Gruppe, bestehend aus
- 10 Vernetzungsmitteln, UV-Absorbieren, Lichtschutzmitteln, Radikalfängern, Entlüftungsmitteln, Slipadditiven, Polymerisationsinhibitoren, Katalysatoren für die Vernetzung, thermolabilen radikalischen Initiatoren, Photoinitiatoren, thermisch härtbaren Reaktivverdünnern, mit aktinischer Strahlung härtbaren Reaktivverdünnern, Haftvermittlern, Verlaufmitteln, filmbildenden Hilfsmitteln,
- 15 Flammenschutzmitteln, Korrosionsinhibitoren, Rieselhilfen, Wachsen und Mattierungsmitteln, ausgewählt. Die Additive und Farbstoffe werden in Mengen verwendet, dass in den mit Hilfe der erfindungsgemäßen Pigmentpräparation hergestellten oder nachgetönten Pulvern oder konventionellen Beschichtungsstoffen die üblichen und bekannten,
- 20 wirksamen Mengen resultieren.
-) Beispiele geeigneter Additive und Farbstoffe werden in der internationalen Patentanmeldung WO 02/42384 A 1, Seite 12, Zeile 16, bis Seite 18, Zeile 25, Seite 23, Zeilen 25 bis 31, und Seite 25, Zeile 1, bis Seite 26, Zeile 21.
- 25 Weitere geeignete Additive gehen aus in dem Lehrbuch »Lackadditive« von Johan Bieleman, Wiley-VCH, Weinheim, New York, 1998, im Detail hervor.

Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen sind herstellbar, indem man in einem diskontinuierlich arbeitenden Dispergieraggregat das Pigment oder

30 die Pigmente (A) oder das Pigment oder die Pigmente (A) und mindestens

einen Bestandteil (D) in der Schmelze des Trägermaterials oder der Trägermaterialien (B) oder in der Schmelze des Trägermaterials oder der Trägermaterialien (B) und mindestens eines Bestandteils (D) bei einem Leistungseintrag von 0,1 bis 1,0, vorzugsweise 0,2 bis 0,8 und insbesondere 0,2 bis 0,6 kW/kg während einer Zeit von 0,5 bis 5, vorzugsweise 0,75 bis 4 und insbesondere 0,75 bis 3 Stunden dispergiert, wonach man die Mischung (A/B) oder (A/B/D) aus dem Dispergieraggregat austrägt und sich abkühlen und verfestigen lässt.

10 Geeignet sind diskontinuierlich arbeitende Dispergieraggregate, wie sie für das intensive Vermischen hochviskoser Stoffe eingesetzt werden. Nur solche Dispergieraggregate können in dem erforderlichen Zeitraum die für die Dispergierung der Pigmente (A) und gegebenenfalls der Bestandteile (D) in den Schmelzen (B) oder (B/D) notwendige Leistung pro Kilogramm Mischung (A/B) oder (A/B/D) eintragen. Bevorzugt werden doppelarmige Knet-
15 verwendet (vgl. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Fifth Edition on CD-ROM, 1997 WILEY-VCH, Weinheim, Deutschland, »Mixing of Highly Viscous Media« und Römpp-Online 2002, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, »Dispergiergeräte«).

20 Die verfestigten Mischungen (A/B) oder (A/B/D) werden pulverisiert oder granuliert, wodurch die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen resultieren. Für die Pulverisierung oder Granulierung können die auf dem Gebiet der Herstellung von Pulverlacken oder dem Gebiet der Herstellung
25 von Kunststoffgranulaten üblichen und bekannten Mahlaggregate, insbesondere Prallmühlen oder Siebmühlen, eingesetzt werden (vgl. Römpp-Online 2002, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, »Mahlung«). Die Feinheit, auf die gemahlen wird, kann sehr breit variieren und richtet sich in erster Linie nach dem Verwendungszweck der
30 erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen und insbesondere danach, wie

24. Juli 2003

sie im Einzelnen weiterverarbeitet werden. Vorzugsweise die mittlere Teilchengröße der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen bei 10 µm bis 1 mm. Es können aber auch kleinere oder größere mittlere Teilchengrößen eingestellt werden, wenn der spezielle Verwendungszweck dies erfordert.

5

Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen können den unterschiedlichsten Verwendungszwecken zugeführt werden.

10

Vorzugsweise werden sie für die Herstellung oder das Nachtönen von pigmentierten Pulvern, insbesondere von pigmentierten Pulverlacken und Kunststoffgranulaten, verwendet, worin die Pigmente (A) in anwendungsgemäßen Konzentrationen vorliegen. Zu diesem Zweck können die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen mit den übrigen Bestandteilen der pigmentierten Pulver in den gewünschten Verhältnissen vorgemischt werden. Die resultierenden festen Mischungen können anschließend wieder aufgeschmolzen und beispielsweise in einem Extruder homogenisiert werden. Die resultierenden homogenisierten Mischungen können nach dem Austragen aus dem Extruder abgekühlt, gebrochen, gemahlen und gegebenenfalls gesiebt werden.

15

20

Je nach Verwendungszweck werden die resultierenden erfindungsgemäßen Pulver auf unterschiedliche mittlere Teilchengrößen und Teilchengrößenverteilungen eingestellt.

25

30

Werden die erfindungsgemäßen Pulver beispielsweise als Pulverlacke verwendet, liegt die mittlere Teilchengröße vorzugsweise bei 1 bis 200 µm, bevorzugt 2 bis 150 µm, und insbesondere bei 3 bis 100 µm. Unter mittlerer Teilchengröße wird der nach der Laserbeugungsmethode ermittelte 50%-Medianwert verstanden, d.h., 50% der Teilchen haben einen Teilchendurchmesser \leq dem Medianwert und 50% der Teilchen einen

Teilchendurchmesser \geq dem Medianwert. Besonders bevorzugt werden enge Teilchengrößenverteilungen eingestellt, wie sie beispielsweise in dem europäischen Patent EP 0 666 779 B 1 beschrieben werden.

- 5 Diese erfindungsgemäßen Pulverlacke können aber auch in wässrigen Medien dispergiert werden, wodurch Pulverlackdispersionen oder Pulverslurries resultieren, die wie konventionelle Flüssiglacke verarbeitet werden können (vgl. die Patentanmeldungen DE 195 40 977 A 1, DE 195 18 392 A 1, DE 196 17 086 A 1, DE 196 13 547 A 1, DE 196 18 657 A 1, DE 10 196 52 813 A 1, DE 196 17 086 A 1, DE 198 14 471 A 1, DE 198 41 842 A 1 oder DE 198 41 408 A 1).

- Die erfindungsgemäßen Pulverlacke und Pulverslurries weisen keine oder eine nur noch eine sehr geringe »tinting strength reserve« auf und liefern 15 deshalb in sehr gut reproduzierbarer Weise Beschichtungen mit hervorragendem anwendungstechnischem Eigenschaftsprofil.

- Werden die erfindungsgemäßen Pulver als Kunststoffgranulate verwendet, weisen sie im Allgemeinen größere Teilchengrößen auf als die 20 erfindungsgemäßen Pulverlacke und Pulverslurries. Vorzugsweise liegt die mittlere Teilchengröße bei 200 μ m bis 6 mm, insbesondere 500 μ m bis 6 mm. Die erfindungsgemäßen Kunststoffgranulate weisen ebenfalls keine oder nur noch eine sehr geringe »tinting strength reserve« auf und liefern deshalb in sehr gut reproduzierbarer Weise Kunststoffformmassen und - 25 folien mit hervorragendem anwendungstechnischem Eigenschaftsprofil.

Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen können aber auch für die Herstellung und das Nachtönen von pigmentierten, konventionellen Beschichtungsstoffen verwendet werden, wobei sie die gleichen Vorteile

aufweisen wie bei der Herstellung und dem Nachtönen von pigmentierten Pulvern.

Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen und die erfindungsgemäßen
5 Pulver können aber auch in organischen Lösemitteln (C) dispergiert und in dieser Form angewandt werden. Beispiele geeigneter Lösemittel (C) sind aus D. Stoye und W. Freitag (Editors), »Paints, Coatings and Solvents«, Second, Completely Revised Edition, Wiley-VCH, Weinheim, New York, 1998, »14.9. Solvent Groups«, Seiten 327 bis 373, bekannt.

10 Bevorzugt werden organische Lösemittel (C) eingesetzt, die keine störenden Wechselwirkungen mit den Bestandteilen der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen eingehen, insbesondere die Pigmente (A) nicht schädigen, ein hohes Lösevermögens für die Trägermaterialien (B) sowie
15 gegebenenfalls für die weiteren Bestandteile (D) haben sowie unter praxisgerechten Trocknungsbedingungen leicht verdampfen. Der Fachmann kann daher geeignete organische Lösemittel (C) leicht anhand ihres bekannten Lösevermögens und ihrer Reaktivität auswählen. Beispiele besonders gut geeigneter organischer Lösemittel (C) werden in der
20 deutschen Patentanmeldung DE 100 57 165 A 1, Seite 6, Absatz [0056], beschrieben.

Die Dispergierung der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen in organischen Lösemitteln (C) weist keine methodischen Besonderheiten auf,
25 sondern kann mit Hilfe der üblichen und bekannten Dispergiergeräte (vgl. Römpp-Online 2002, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, »Dispergiergeräte«) durchgeführt werden.

Die resultierenden erfindungsgemäßen Dispersionen weisen vorzugsweise
30 einen Festkörpergehalt von 20 bis 80, bevorzugt 20 bis 75 und insbesondere

25 bis 70 Gew.-% auf. Vorzugsweise enthalten sie, jeweils bezogen auf den Festkörper der Dispersion, 1 bis 85, bevorzugt 1 bis 80 und insbesondere 1 bis 70 Gew.-% mindestens eines Pigments (A) und 15 bis 99, bevorzugt 20 bis 99 und insbesondere 30 bis 99 Gew.-% mindestens eines
5 Trägermaterials (B).

Die erfindungsgemäßen Dispersionen sind hervorragend für die Herstellung von pigmentierten Pulvern und konventionellen Beschichtungsstoffen sowie von Mischsystemen geeignet. Die Mischsysteme wiederum sind ebenfalls
10 hervorragend für die Herstellung und/oder das Nachtönen von pigmentierten Pulvern, insbesondere von Pulverlacken und von Kunststoffgranulaten, sowie von konventionellen Beschichtungsstoffen geeignet.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Pulver werden die
15 erfindungsgemäßen Dispersionen unter teilweisem, im wesentlichen vollständigem oder vollständigem Verdampfen des Lösemittels oder der Lösemittel (C) auf die Oberfläche von dimensionsstabilen Partikeln appliziert.

Hierbei kann nur eine erfindungsgemäße Dispersion appliziert werden. Es ist
20 indes ein besonderer Vorteil der erfindungsgemäßen Pulver und des Verfahrens, dass man mindestens zwei erfindungsgemäße Dispersionen gleichzeitig oder nacheinander auf die Oberfläche der dimensionsstabilen Partikel applizieren kann. Dadurch werden die Möglichkeiten zur Variation und Steuerung der stofflichen Zusammensetzung und der Verteilung der
25 Pigmente (A) sowie gegebenenfalls der funktionalen Bestandteile (D) in und/oder auf den dimensionsstabilen Partikeln außerordentlich erweitert.

Erfindungsgemäß ist es von Vorteil, wenn man die Lösemittel (D) bei
30 Temperaturen unterhalb der Glastemperatur T_g oder der Mindestfilmbildetemperatur der Bindemittel (vgl. Römpf Lexikon Lacke und

24. Juli 2003

Druckfarben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, 1998, Seite 391, »Mindestfilmbildetemperatur (MFT)«) der dimensionsstabilen Partikel verdampft.

5 Außerdem ist es erfindungsgemäß von Vorteil, wenn sich die mittlere Teilchengröße und die Korngrößenverteilung der dimensionsstabilen Partikel durch die Applikation der erfindungsgemäßen Dispersionen nicht oder nur geringfügig verändern, es sei denn, man bezweckt eine solche Änderung. Dies kann beispielsweise dann der Fall sein, wenn man von dimensionsstabilen Partikeln einer vergleichsweise geringen mittleren Teilchengröße ausgeht und ein erfindungsgemäßes Pulver einer größeren mittleren Teilchengröße aufbauen will. Auch hier resultieren neue Möglichkeiten der Steuerung und der Optimierung der Herstellung und der Zusammensetzung der erfindungsgemäßen Pulver.

10
15

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung bedeutet „dimensionsstabil“, dass die Partikel unter den üblichen und bekannten Bedingungen der Lagerung und der Anwendung von Pulvern, wenn überhaupt, nur geringfügig agglomerieren und/oder in kleinere Teilchen zerfallen, sondern auch unter dem Einfluss von Scherkräften im wesentlichen ihre ursprünglichen Form bewahren.

20

Die Korngrößenverteilung der dimensionsstabilen Partikel kann vergleichsweise breit variieren und richtet sich nach dem jeweiligen Verwendungszweck der erfindungsgemäßen Pulver. Vorzugsweise werden die vorstehend beschriebenen mittleren Teilchengrößen und Teilchengrößenverteilungen angewandt.

25

Wegen des teilweisen, im Wesentlichen vollständigen oder vollständigen Verdampfens der Lösemittel (C) sind die erfindungsgemäßen Pulver weitgehend frei von organischen Lösemitteln, so dass sie rieselfähig und

30

applizierbar sind. Vorzugsweise haben sie einen Restgehalt an flüchtigen Lösemitteln von ≤ 15 Gew.-%, bevorzugt ≤ 10 Gew.-% und besonders bevorzugt ≤ 5 Gew.-%.

- 5 Die Zusammensetzung der dimensionsstabilen Partikel kann außerordentlich breit variieren. Sie richtet sich in erster Linie danach, ob die herzustellenden erfindungsgemäßen Pulver thermisch selbstvernetzend, thermisch fremdvernetzend, mit aktinischer Strahlung härtbar oder Dual-Cure-härtbar sind.

- 10 Dienen die dimensionsstabilen Partikel der Herstellung thermisch selbstvernetzender Pulver, enthalten sie mindestens ein thermisch selbstvernetzendes Bindemittel oder sie bestehen hieraus. Beispiele geeigneter Bindemittel dieser Art sind die vorstehend beschriebenen, thermisch selbstvernetzenden Oligomeren und Polymeren (B).
- 15

-
- Dienen die dimensionsstabilen Partikel der Herstellung thermisch fremdvernetzender Pulver, enthalten sie mindestens ein thermisch fremdvernetzendes Bindemittel oder sie bestehen hieraus. Beispiele geeigneter Bindemittel dieser Art sind die vorstehend beschriebenen thermisch fremdvernetzenden Oligomeren und Polymeren (B). Vorzugsweise enthalten die Partikel noch mindestens einen der vorstehend beschriebenen funktionalen Bestandteile (D), insbesondere mindestens ein Vernetzungsmittel.
- 20

- 25 Dienen die dimensionsstabilen Partikel der Herstellung mit aktinischer Strahlung härtbarer Pulver, enthalten sie mindestens ein mit aktinischer Strahlung härtpbares Bindemittel oder sie bestehen hieraus. Beispiele geeigneter Bindemittel dieser Art sind die vorstehend beschriebenen mit aktinischer Strahlung härtpbaren Oligomeren und Polymeren (B).
- 30

Vorzugsweise enthalten die Partikel noch mindestens einen der vorstehend beschriebenen funktionalen Bestandteile (D), insbesondere mindestens einen der vorstehend beschriebenen Photoinitiatoren.

- 5 Dienen die dimensionsstabilen Partikel der Herstellung thermisch und mit aktinischer Strahlung härtpbarer Pulver, enthalten sie mindestens ein Dual-Cure-Bindemittel oder mindestens ein thermisch härtpbares und mindestens ein mit aktinischer Strahlung härtpbares Bindemittel oder sie bestehen hieraus. Beispiele geeigneter Bindemittel dieser Art sind die vorstehend
- 10 beschriebenen Dual-Cure-Oligomeren und Polymeren (B) oder die thermisch härtpbaren Oligomeren und Polymeren (B) und die mit aktinischer Strahlung härtpbaren Oligomeren und Polymeren (B). Vorzugsweise enthalten die dimensionsstabilen Partikel noch mindestens einen der vorstehend beschriebenen funktionalen Bestandteile (D), insbesondere mindestens
- 15 einen der vorstehend beschriebenen Photoinitiatoren und/oder mindestens ein Vernetzungsmittel.

- Die Herstellung der dimensionsstabilen Partikel weist keine methodischen Besonderheiten auf, sondern erfolgt mit Hilfe der im eingangs genannten
- 20 Stand der Technik beschriebenen Verfahren und Vorrichtungen zur Herstellung von Pulverlacken aus den Bindemitteln, insbesondere den Bindemitteln (B), sowie gegebenenfalls den funktionalen Bestandteilen (D).

- Bei den dimensionsstabilen Partikeln kann es sich um die Vorstufen von
- 25 Pulverlacken oder Kunststoffgranulaten handeln, die mit mindestens einem Pigment (A) sowie gegebenenfalls noch mindestens einen funktionalen Bestandteil (D) komplettiert werden sollen. So kann z. B. die klare transparente Vorstufe eines farb- und/oder effektgebenden Pulverlacks mit einer erfindungsgemäßen Dispersion beschichtet werden, die mindestens ein
- 30 Pigment (A) enthält.

Es kann sich indes auch um fertige, pigmentierte Pulver, insbesondere fertige, pigmentierte Pulverlacke oder fertige, pigmentierte Kunststoffgranulate, handeln, deren Farbtöne und/oder optischen Effekte sowie gegebenenfalls sonstigen funktionalen Eigenschaften nachträglich eingestellt werden müssen. Die nachträgliche Einstellung kann beispielsweise notwendig werden, wenn der fertige, pigmentierte Pulverlack oder das fertige, pigmentierte Kunststoffgranulat eine Fehlcharge ist. Sie kann aber auch dazu verwendet werden, fertige, pigmentierte Pulverlacke und Kunststoffgranulate, die älteren Spezifikationen entsprechen, neuen Spezifikationen anzupassen, ohne dass eine Neuproduktion notwendig wird.

Das Mengenverhältnis von erfindungsgemäßer Dispersion zu dimensionsstabilen Partikeln kann von Fall zu Fall sehr breit variieren. Auf jeden Fall wird das Verhältnis stets so abgestimmt, dass alle Bestandteile in den erforderlichen Mengen vorliegen, um das jeweils gewünschte Eigenschaftsprofil der erfindungsgemäßen Pulver einzustellen.

Es ist der besondere Vorteil der erfindungsgemäßen Pulver und des Verfahrens, dass außer den Pigmenten (A) sämtliche pulverlacktypischen funktionalen Bestandteile (D) in dieser Weise appliziert werden können. Deswegen kann auch ein erfindungsgemäßer Pulverlack oder ein erfindungsgemäßes Kunststoffgranulat mit vorgegebener stofflicher Zusammensetzung nach verschiedenen Varianten des erfindungsgemäßen Verfahrens hergestellt werden, wodurch sich neue Möglichkeiten der Verfahrensoptimierung ergeben. Gleiches gilt für die nachträgliche Einstellung der stofflichen Zusammensetzung und/oder des anwendungstechnischen Eigenschaftsprofils von fertigen, pigmentierten Pulverlacken und Kunststoffgranulaten.

24. Juli 2003

Außerdem kann ein sozusagen „universelles“ Pulver Ausgangspunkt des Verfahrens sein, wobei das universelle Pulver je nach Verwendungszweck des hieraus herzustellenden erfindungsgemäßen Pulvers mit den unterschiedlichsten erfindungsgemäßen Dispersionen beschichtet wird.

5

Die Applikation der erfindungsgemäßen Dispersionen auf die dimensionsstabile Partikel kann mit Hilfe üblicher und bekannter Verfahren und Vorrichtungen, die der Beschichtung fester Partikel dienen, durchgeführt werden.

10

Erfindungsgemäß ist es von Vorteil, die erfindungsgemäßen Dispersionen durch Versprühen zu applizieren. Bevorzugt werden die Dispersionen in eine Wirbelschicht, enthaltend die dimensionsstabilen Partikel, versprüht.

- 15 Für die Erzeugung der Wirbelschicht können im Grunde alle hierfür geeigneten üblichen und bekannten Verfahren und Vorrichtungen eingesetzt werden. Bevorzugt werden Wirbelschichttrockner, insbesondere Sprühwirbelschichttrockner, Sprühwirbelschichtcoater oder Sprühwirbelschichtgranulatoren, verwendet. Handelsübliche
- 20 Sprühgranulatoren mit einer besonders turbulenten, homogenen Durchmischung sind besonders bevorzugt.

- Die Wirbelschichttrockner enthalten vorzugsweise übliche und bekannte Zerstäubungsaggregate, wie sie beispielsweise von A. H. Lefebvre in
- 25 »Atomization and Sprays« (1989 hpc, ISBN 0-89116-603-3) beschrieben werden. Bevorzugt werden Druck- und Zweistoffdüsen. Besonders bevorzugt sind zwei- oder mehrflutige Zweistoffdüsen, wie sie von den Firmen Schlick, Lechler, Spraying Systems, Delavan oder Gericke angeboten werden.

- Bei der Durchführung des Verfahrens werden die dimensionsstabilen Partikel kontinuierlich oder diskontinuierlich der Wirbelschicht zugeführt, worin sie mit mindestens einer erfindungsgemäßen Dispersion beschichtet werden. Werden stofflich unterschiedliche erfindungsgemäße Dispersionen
- 5 verwendet, werden sie vorzugsweise an verschiedenen Stellen eingesprüht. Wird nur eine erfindungsgemäße Dispersion eingesetzt, kann sie ebenfalls an verschiedenen Stellen eingesprüht werden, um ihre Verteilung in der Wirbelschicht zu optimieren. Bei kontinuierlichem Betrieb ist auf eine enge Verweilzeitverteilung zu achten.
- 10 Nach der Beschichtung werden die beschichteten dimensionsstabilen Partikel, d.h. die erfindungsgemäßen Pulver, ausgetragen. Die beschichteten dimensionsstabilen Partikel können in die Wirbelschicht zurückgeführt werden (Kreisfahrweise), worin sie mit den gleichen erfindungsgemäßen
- 15 Dispersionen und/oder anderen Dispersionen, insbesondere erfindungsgemäßen Dispersionen, beschichtet werden. Zu diesem Zweck können sie auch mindestens einem weiteren Wirbelschichttrockner zugeführt werden.
- 20 Es ist ein besonderer Vorteil des Verfahrens, dass nach dem Austragen aus dem Wirbelschichttrockner die erfindungsgemäßen Pulver nicht mehr gemahlen und/oder gesichtet werden müssen, um die gewünschte Teilchengrößenverteilung oder Korngrößenverteilung einzustellen.
- 25 Es ergeben sich auch hier zahlreiche neuartige Möglichkeiten der Steuerung und der Optimierung des Verfahrens und der stofflichen Zusammensetzung und des anwendungstechnischen Eigenschaftsprofils der erfindungsgemäßen Pulver. Außerdem kann das Verfahren so gesteuert werden, dass auch thermisch empfindliche, katalytisch wirksame und/oder
- 30 hochreaktive funktionale Bestandteile (D) mit in die erfindungsgemäßen

Pulver eingearbeitet werden können, bei denen unter den Bedingungen der üblichen und bekannten Verfahren der Herstellung von Pulvern die Gefahr besteht, dass sie sich zersetzen oder dass sie unerwünschte vorzeitige Vernetzungsreaktionen hervorrufen. Beispiele solcher funktionaler Bestandteile (D) sind Katalysatoren für die Vernetzung, Vernetzungsmittel wie Polyisocyanate oder thermolabile radikalische Initiatoren.

Der wesentliche Vorteil der vorstehend beschriebenen erfindungsgemäßen Pulver und des Verfahrens liegt aber darin, dass sie die Bereitstellung des erfindungsgemäßen Mischsystems gestatten.

Das Mischsystem dient der Herstellung von Pulvern, insbesondere von Pulverlacken und Kunststoffgranulaten, und/oder der nachträglichen Einstellung der stofflichen Zusammensetzung und/oder des anwendungstechnischen Eigenschaftsprofils von Pulvern, insbesondere von Pulverlacken und Kunststoffgranulaten. Insbesondere dient es der nachträglichen Einstellung des Farbtons und/oder der optischen Effektgebung farb- und/oder effektgebender Pulver von unterschiedlicher Buntheit und/oder Intensität der optischen Effekte.

Das Mischsystem umfasst mindestens zwei Einstellmodule (I) und mindestens ein Feststoffmodul (II). Vorzugsweise werden 3 bis 50 Einstellmodule (I) eingesetzt.

Ein Einstellmodul (I) umfasst jeweils eine Dispersion, enthaltend die vorstehend beschriebenen Bestandteile (A), (B) und (C) sowie ggf. (D). Mit den Pigmente (A) können die unterschiedlichsten Farbtöne und/oder optischen Effekte eingestellt werden, wobei mit den funktionalen Bestandteilen (D) gegebenenfalls zusätzlich die unterschiedlichsten anwendungstechnischen Eigenschaften, wie beispielsweise die

Geschwindigkeit der Härtung mit aktinischer Strahlung oder der thermischen Härtung, die Korrosionsschutzwirkung und/oder die Witterungsbeständigkeit, eingestellt werden können.

- 5 Die Einstellmodule (I) enthalten demnach unterschiedliche farb- und/oder effektgebende Pigmente (A), so dass eine Reihe von Basisfarbmodulen (I) resultiert, aus denen ein Farbmischsystem aufgebaut werden kann, mit dessen Hilfe aus wenigen Basisfarben eine praktisch unbegrenzte Anzahl unterschiedlicher Farbtöne und/oder optischen Effekte für die aus den erfindungsgemäßen Pulverlacken hergestellten Beschichtungen oder die aus den erfindungsgemäßen Kunststoffgranulaten hergestellten Formteile und Folien realisiert werden können.

- 10
15 Vorzugsweise werden die stofflichen Zusammensetzungen der erfindungsgemäßen Pulver unterschiedlicher Buntheit und/oder Intensität der optischen Effekte mit Hilfe eines Farbmischformel-Systems, das auf den Basisfarbmodulen (I) beruht, ermittelt.

- 20 Das Mischsystem umfasst des Weiteren mindestens einen Feststoffmodul (II), der mindestens eine Art, insbesondere eine Art, der vorstehend beschriebenen dimensionsstabilen Partikel enthält. Dabei kann es sich beispielsweise um ein universelles Pulver handeln. Welche Art von Partikeln ausgewählt wird, richtet sich nach dem Verwendungszweck der hieraus hergestellten erfindungsgemäßen Pulver.

25

Nicht zuletzt umfasst das Mischsystem mindestens ein Mischaggregat zum Vermischen des Inhalts mindestens eines Einstellmoduls (I) und des Inhalts mindestens eines Feststoffmoduls (II) unter definierten Mengenverhältnissen und Temperaturen. Vorzugsweise handelt es sich bei dem Mischaggregat

um einen Wirbelschichttrockner. Beispiele geeigneter Wirbelschichttrockner sind die vorstehend beschriebenen.

Das Mischsystem bietet für den Hersteller von Pulverlacken und Kunststoffgranulaten den wesentlichen Vorteil, dass sie für spezielle Verwendungszwecke nicht mehr länger einen fertigen Pulverlack oder ein Kunststoffgranulat in größeren Mengen herstellen müssen, sondern dass sie, dem Bedarf der Anwender entsprechend, kleine Mengen eines Pulverlacks oder eines Kunststoffgranulats, die dem jeweiligen Verwendungszweck genau angepasst sind, gezielt herstellen bzw. einstellen können. All dies macht die Herstellung von kleinen Mengen an Kunststoffgranulaten oder Pulverlacken mit Hilfe des Mischsystems auch wirtschaftlich sehr attraktiv.

Die erfindungsgemäßen Dispersionen sowie das hierauf basierende erfindungsgemäße Mischsystem können aber auch sehr gut für die Herstellung und das Nachtönen von konventionellen Beschichtungsstoffen verwendet werden, wobei sich für die resultierenden erfindungsgemäßen konventionellen Beschichtungsstoffen sinngemäß die gleichen Vorteile ergeben, wie sie vorstehend für die erfindungsgemäßen Pulver beschrieben werden.

Die erfindungsgemäßen Pulver, insbesondere die erfindungsgemäßen Pulverlacke, und die erfindungsgemäßen konventionellen Beschichtungsstoffe sind aufgrund ihrer hervorragend reproduzierbaren, vorteilhaften Eigenschaften außerordentlich breit anwendbar

So können die erfindungsgemäßen Pulverlacke und konventionellen Beschichtungsstoffe der

- Erstlackierung von Karosserien von Fortbewegungsmitteln, inklusive Fluggeräte, Schienenfahrzeuge, Wasserfahrzeuge, mit Muskelkraft betriebene Fahrzeuge und Kraftfahrzeuge, im Innen- und Außenbereich sowie Teilen hiervon,
- 5 - der Lackierung von Bauwerken im Innen- und Außenbereich,
- der Lackierung von Türen, Fenstern, Möbeln und Glashohlkörpern,
- der Beschichtung von Röhren (Pipelines),
- der industriellen Lackierung, inklusive Coil Coating, Container Coating sowie der Imprägnierung und/oder Beschichtung mechanischer, optischer und elektrotechnischer Bauteile;
- der Lackierung von weißer Ware, inklusive Haushaltsgeräte, Heizkessel und Radiatoren; sowie
- der Lackierung von Flanschen, Armaturen, Wandgarderoben, Bettgestellen, Isolationskästen, Zaunpfählen, Gartenmöbeln, Leitplanken, Straßenschildern, Einkaufskörben, Einsätzen für
- 15 Geschirrspüler, Bremszylindern, Laborausstattungen und Chemieanlagen,

20 und die pigmentierten Kunststoffgranulate der Herstellung von Formteilen und Folien dienen.

Die erfindungsgemäßen Lackierungen, Beschichtungen, Formteile und Folien weisen ebenfalls hervorragende anwendungstechnische Eigenschaften auf.

25

Beispiele und Vergleichsversuche

Beispiele 1 bis 3

Die Herstellung der Pigmentpräparationen 1 bis 3 und der Dispersionen 1 bis 3

Beispiel 1:

- 5 100 g Uralac ® 3495 der Firma DSM Kunstharze (carboxylgruppenhaltiger Polyester; Trägermaterial B) wurden in einem Laborkneteter (Typ HKD-T 06 D der Firma Ika) bei 150 °C aufgeschmolzen. In die resultierende Schmelze wurden 200 g Titandioxid vom Typ Rutil 2310 (Firma Kronos) (Pigment A) portionsweise eingetragen. Dabei stieg das Drehmoment des Kneters auf etwa 14 Nm. Die resultierende Schmelze der Pigmentpräparation wurde während einer Stunde bei 140 °C geknetet (Leistungseingetrag: 0,32 kW/kg), als Schmelze ausgetragen und nach dem Erkalten mit Hilfe einer Labormühle pulverisiert, sodass eine mittlere Teilchengröße < 1 mm resultierte. 100 g der pulverisierten Pigmentpräparation wurden zusammen
- 15 mit 150 g Aceton in einem Dissolver während 20 Minuten intensiv gerührt. Die resultierende Dispersion war lagerstabil und lieferte hochglänzende Abstriche (vgl. Tabelle 1).

Beispiele 2 und 3:

- 20 Beispiel 1 wurde wiederholt, nur dass an Stelle von 200 g Titandioxid bei Beispiel 2 100 g Hostaperm ® Gelb H4G und bei Beispiel 3 100 g Irgalith ® Blau PDS 6 (Ciba) als Pigmente (A) verwendet wurden. Die resultierenden Dispersionen waren lagerstabil und lieferten hochglänzende Abstriche (vgl. Tabelle 1).

25

Vergleichsversuche V 1 bis V 3

Die Herstellung der Dispersionen V 1 und V 3

- 30 Vergleichsversuch V 1:

In einer Laborrührwerksmühle (Typ Dispermat ® SL der Firma Getzmann), gefüllt mit 230 g Zirkoniumdioxid-Mahlkörpern eines Durchmessers von 1 bis 1,25 mm, wurde eine mittels Dissolver vorgemischte Dispersion aus 133 g Titandioxid vom Typ Rutil 2310, 67 g Uralac ® 3495 und 300 g Aceton eingefüllt und bei 3.000 U/min bis zur Glanzkonstanz des Abstrichs gemahlen. Die dazu erforderliche Mahldauer betrug zwei Stunden. Das Ergebnis der Glanzmessung des Abstrichs findet sich in der Tabelle 1.

Vergleichsversuche V 2 und V 3:

Vergleichsversuch V 1 wurde wiederholt, nur dass bei Vergleichsversuch V 2 an Stelle von 133 g Titandioxid und 67 g Uralac ® 3495 100 g Hostaperm ® Gelb H4G und 100 g Uralac ® 3495 und bei Vergleichsversuch V 3 100 g Irgalith ® Blau PDS 6 (Ciba) und 100 g Uralac ® 3495 verwendet wurden. Die Mahldauer lag bei den Vergleichsversuchen V 2 und V 3 bei 2,5 Stunden. Die Ergebnisse der Glanzmessungen an den Abstrichen finden sich ebenfalls in der Tabelle 1.

Die Tabelle 1 fasst die Glanzmessungen nach DIN 67530 (60 °) an Abstrichen einer Trockenschichtdicke von 40 µm der Beispiele 1 bis 3 und der Vergleichsversuche V 1 bis V 3 zusammen. Dabei können Beispiel 1 und Vergleichsversuch V 1, Beispiel 2 und Vergleichsversuch V 2 sowie Beispiel 3 und Vergleichsversuch V 3 direkt miteinander verglichen werden. Der Vergleich zeigt, dass die Abstriche der Dispersionen 1 bis 3 der Beispiele 1 bis 3 den Abstrichen der Dispersionen V 1 bis V 3 der Vergleichsversuche V 1 bis V 3 im Glanz überlegen waren.

Tabelle 1: Glanzmessungen nach DIN 67530 (60 °) an Abstrichen einer Trockenschichtdicke von 40 µm der Dispersionen der Beispiele 1 bis 3 und der Vergleichsversuche V 1 bis V 3

Beispiel oder Vergleichsversuch	Glanz
---------------------------------	-------

1	88
5 V 1	70
2	69
V 2	33
3	68
V 3	47

Beispiele 4 und 5 und Vergleichsversuch V 4 und V 5

15

Die Herstellung der Dispersionen 4 und 5 der Beispiele 4 und 5 und der Dispersionen V 4 und V 5 der Vergleichsversuche V 4 und V 5

20 Für das Beispiel 4 wurden 25 g der pulverisierten Pigmentpräparation 2 des Beispiels 2 sowie 75 g der pulverisierten Pigmentpräparation 1 bis Beispiel 1 mit Hilfe eines Dissolvers in 150 g Aceton dispergiert.

25 Für das Beispiel 5 wurden 10 g der pulverisierten Pigmentpräparation 3 des Beispiels 3 sowie 90 g der pulverisierten Pigmentpräparation 1 des Beispiels 1 mit Hilfe eines Dissolvers in 150 g Aceton dispergiert.

Für den Vergleichsversuch V 4 wurden die Dispersionen V 1 und V 2 der Vergleichsversuche V 1 und V 2 im Verhältnis von 3:1 miteinander vermischt.

Für den Vergleichsversuch V 5 wurden die Dispersionen V 1 und V 3 der Vergleichsversuche V.1 und V 3 im Verhältnis von 9:1 gemischt.

Von den Dispersionen 4, 5, V 4 und V 5 wurden deckende Abstriche einer Trockenschichtdicke von 40 µm hergestellt. Die (relativen) Farbstärkeäquivalente (FAE) der dispergierten Pigmente (vgl. Römpp-Online 2002, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, »Farbstärke«, und DIN ISO 787, Teil 24) wurden anhand der Abstriche ermittelt. Dabei konnte Beispiel 4 mit Vergleichsversuch V 4 und Beispiel 5 mit Vergleichsversuch V 5 verglichen werden. Hierbei bildeten die Abstriche der Vergleichsversuche den jeweiligen Standard (FAE = 100), wobei die damit verglichenen Abstriche FAE-Werte < 100 (bessere Farbstärke) oder > 100 (geringere Farbstärke) aufweisen konnten.

Die Ergebnisse finden sich in der Tabelle 2. Die relativen Farbstärke FAE der Abstriche der Beispiele 4 und 5 waren < 100. Dies untermauerte, dass die gemäß den Beispielen 4 und 5 dispergierten Pigmente in signifikant geringeren Mengen dieselben coloristischen Effekte lieferten wie die gemäß den Vergleichsversuchen V 4 und V 5 dispergierten Pigmente.

Tabelle 2: Die Farbstärkeäquivalente (FAE) der gemäß den Beispielen 4 und 5 einerseits und gemäß den Vergleichsversuchen V 4 und V 5 dispergierten Pigmente

Beispiel oder Vergleichsversuch	FAE
4	75
V 4	100

5	65
V 5	100

5 Beispiel 6 und Vergleichsversuch V 6

Die Herstellung der Dispersion 6 des Beispiels 6 und der Dispersion V 6 des Vergleichsversuch V 6

Beispiel 6:

Für das Beispiel 6 wurde Beispiel 2 wiederholt, nur dass an Stelle von 100 g Hostaperm ® Gelb H4G 100 g Heliogengrün L 8630 der Firma BASF Aktiengesellschaft verwendet wurden. Es resultierte die pulverisierte Pigmentpräparation 6.

15

Für die Herstellung der Dispersion 6 wurden 10 g der pulverisierten Pigmentpräparation 6 und 90 g der pulverisierten Pigmentpräparation 1 des Beispiels 1 in 150 g Aceton mit Hilfe eines Dissolvers dispergiert. Aus einem Teil der frisch hergestellten Dispersion 6 wurde sofort ein deckender Abstrich einer Trockenschichtdicke von 40 µm hergestellt. Dieser Abstrich bildete die Referenz, gegen den verglichen wurde. Des Weiteren wurden Abstriche (Trockenschichtdicke von 40 µm) nach Standzeiten von einer Stunde, zwei Stunden und 20 Stunden hergestellt. Anschließend wurden die farbmtrischen Eigenschaften DE* der Abstriche im Vergleich zur Referenz nach DIN 6174 bestimmt. Die Ergebnisse finden sich in der Tabelle 3.

20

25

Vergleichsversuch V 6:

Für den Vergleichsversuch V 6 wurde der Vergleichsversuch V 2 wiederholt, nur dass an Stelle von 100 g Hostaperm ® Gelb H4G 100 g Heliogengrün L

8630 verwendet wurden. Die Mahldauer bis zur Glanzkonstanz lag bei drei Stunden. Es resultierte die Vorstufe der Dispersion V 6.

Die Vorstufe wurde zusammen mit der Dispersion V 1 des Vergleichsversuchs V 1 im Verhältnis von 1:9 vermischt. Es resultierte die Dispersion V 6. Aus einem Teil der frisch hergestellten Dispersion V 6 wurde sofort ein deckender Abstrich einer Trockenschichtdicke von 40 µm hergestellt. Dieser Abstrich bildete die Referenz, gegen den verglichen wurde. Des Weiteren wurden Abstriche (Trockenschichtdicke von 40 µm) nach Standzeiten von einer Stunde, zwei Stunden und 20 Stunden hergestellt. Anschließend wurden die farbmétrischen Eigenschaften DE* der Abstriche im Vergleich zur Referenz nach DIN 6174 bestimmt. Die Ergebnisse finden sich ebenfalls in der Tabelle 3.

Der Vergleich der farbmétrischen Daten zeigt, dass sich in Abhängigkeit von den Standzeiten DE* der Abstriche der Dispersion V 6 erheblich stärker änderte als DE* der Abstriche der Dispersion 6. Dies untermauerte, dass die Dispersion 6 erheblich stabiler war als die Dispersion V 6.

Tabelle 3: Die farbmétrischen Eigenschaften DE* nach DIN 6174 der Abstriche der Dispersionen 6 (Beispiel 6) und V 6 (Vergleichsversuch V 6) in Abhängigkeit von deren Standzeiten

Beispiel Vergleichs- versuch	DE* nach DIN 6174: Standzeiten der Dispersionen (h):			
	0	1	2	20
6	Referenz	0	0,2	0,3

V 6	Referenz	0,5	0,8	Dispersion geliert
-----	----------	-----	-----	--------------------

5 Beispiel 7 und Vergleichsversuch V 7

Die Herstellung der Pulverlacke 7 (Beispiel 7) und V 7 (Vergleichsversuch V 7) und der entsprechenden Lackierungen

Beispiel 7:

150 g der pulverisierten Pigmentpräparation 1 des Beispiels 1 und 50 g der pulverisierten Pigmentpräparation 2 des Beispiels 2 wurden zusammen mit 300 g Aceton während 20 Minuten intensiv vermisch. Anschließend wurde die Mischung mit weiteren 900 g Aceton verdünnt. Es resultierte die Dispersion 7.

Vergleichsversuch V 7:

375 g der Dispersion V 1 des Vergleichsversuchs V 1 und 125 g der Dispersion V 2 des Vergleichsversuchs V 2 wurden mittels eines Schnellrührers während 20 Minuten vermisch. Anschließend wurde die Mischung mit weiteren 900 g Aceton verdünnt. Es resultierte die Dispersion V 7.

Die Herstellung der Pulverlacke 7 (Beispiel 7) und V 7 (Vergleichsversuch V 7) sowie der entsprechenden Lackierungen:

Die Dispersionen 7 und V 7 wurden getrennt voneinander in Laborwirbelschichtanlagen jeweils innerhalb einer Stunde auf jeweils 2.200 g eines nicht pigmentierten, handelsüblichen Pulverlacks auf Polyesterbasis aufgesprüht. Die Produkttemperaturen innerhalb der Wirbelbetten lagen bei maximal 35 °C. Nach Beendigung der Aufsprühvorgänge wurden die

resultierenden Pulverlacke 7 und V 7 noch während 30 Minuten bei 35 °C nachgetrocknet und anschließend ausgetragen.

Die Pulverlacke 7 und V 7 wurden getrennt voneinander in Pulverbeschichtungsanlagen auf Stahlbleche mit einer Schichtdicke von jeweils 180 g/m² appliziert. Die resultierenden Pulverlackeschichten wurden während zehn Minuten bei 180 °C gehärtet. Es resultierten die Lackierungen 7 und V 7, deren Oberflächen, Deckvermögen und mechanische Eigenschaften gemessen wurden. Die Ergebnisse finden sich in der Tabelle 4.

Der Vergleich der Ergebnisse untermauert, dass die Lackierung 7 der Lackierung V 7 im Glanz, im Deckvermögen und in den mechanischen Eigenschaften überlegen war.

Tabelle 4: Anwendungstechnische Eigenschaften der Lackierungen 7 (Beispiel 7) und V 7 (Vergleichsversuch V 7)

Beispiel	Glanz ^{a)}	Impact-Test ^{b)}	Erichsentiefung ^{c)}	Deck- vermögen ^{d)}
Vergleichs- versuch		(inch/pound)	(mm)	(%)
6	87	40/20	< 2	100
V 6	82	20/10	8	76

a) nach DIN 67530 (60°);

b) nach ASTM D 2794;

c) vgl. Römpp-Online 2002, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York,
»Erichsentiefung«;

5

d) bestimmt über die Messung der relativen Farbstärke (FAE) (vgl. die
Beispiele 4 und 5 und die Vergleichsversuche V 4 und V 5)

Patentansprüche

1. Feste Pigmentpräparationen, enthaltend

5

(A) mindestens ein Pigment in höherer Konzentration, als es der späteren Anwendung entspricht, und

(B) mindestens ein Trägermaterial, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Oligomeren und Polymeren, die eine Glasübergangstemperatur $> 30^{\circ}\text{C}$ und einen Schmelzpunkt oder Schmelzbereich unterhalb ihrer Zersetzungstemperatur aufweisen,

15

herstellbar, indem man in einem diskontinuierlich arbeitenden Dispergieraggregat das Pigment oder die Pigmente (A) oder das Pigment oder die Pigmente (A) und mindestens einen Bestandteil (D) in der Schmelze des Trägermaterials oder der Trägermaterialien (B) oder in der Schmelze des Trägermaterials oder der Trägermaterialien (B) und mindestens eines Bestandteils (D) bei einem Leistungseintrag von 0,1 bis 1,0 kW/kg während einer Zeit von 0,5 bis 5 Stunden dispergiert, wonach man die Mischung (A/B) oder (A/B/D) aus dem Dispergieraggregat austrägt und sich abkühlen und verfestigen lässt.

20

25 2. Pigmentpräparationen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie pulverförmig sind.

3. Pigmentpräparationen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Dispersion in mindestens einem organischen Lösemittel (C) vorliegen.

30

- 5 4. Pigmentpräparationen nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Pigmente (A) aus der Gruppe, bestehend aus organischen und anorganischen, transparenten und opaken, farb- und/oder effektgebenden, fluoreszierenden, phosphoreszierenden, elektrisch leitfähigen und magnetisch abschirmenden Pigmenten und transparenten und opaken Metallpulvern sowie organischen und anorganischen, transparenten und opaken Füllstoffen und Nanopartikeln, ausgewählt werden.
- 15 5. Pigmentpräparationen nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Oligomeren und Polymeren (B) eine Glasübergangstemperatur zwischen 30 und 200 °C haben.
- 20 6. Pigmentpräparationen nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Oligomeren und Polymeren (B) sich in einem Temperaturbereich von mindestens 100 °C oberhalb ihrer Glasübergangstemperatur nicht zersetzen.
- 25 7. Pigmentpräparationen nach einem der Ansprüche 1, 2 oder 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass sie, bezogen auf die Pigmentpräparationen, 1 bis 85 Gew.-% mindestens eines Pigments (A) und 15 bis 99 Gew.-% mindestens eines Trägermaterials (B) enthalten oder hieraus bestehen.
- 30 8. Pigmentpräparationen nach einem der Ansprüche 3 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass sie, bezogen auf den Festkörper der Dispersion, 1 bis 85 Gew.-% mindestens eines Pigments (A) und 15 bis 99 Gew.-% mindestens eines Trägermaterials (B) enthalten.

9. Pigmentpräparationen nach einem der Ansprüche 3 bis 6 oder 8, dadurch gekennzeichnet, dass sie einen Festkörpergehalt von 20 bis 80 Gew.-% haben.
- 5 10. Pigmentpräparationen nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass sie mindestens einen weiteren Bestandteil (D), ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Additiven und Farbstoffen enthalten.
- 10 11. Pigmentpräparationen nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Additive aus der Gruppe, bestehend aus Vernetzungsmitteln, UV-Absorbieren, Lichtschutzmitteln, Radikalfängern, Entlüftungsmitteln, Slipadditiven, Polymerisationsinhibitoren, Katalysatoren für die Vernetzung, thermolabilen radikalischen Initiatoren, Photoinitiatoren, thermisch härtbaren Reaktivverdünnern, mit aktinischer Strahlung härtbaren Reaktivverdünnern, Haftvermittlern, Verlaufmitteln, filmbildenden Hilfsmitteln, Flammenschutzmitteln, Korrosionsinhibitoren, Rieselhilfen, Wachsen und Mattierungsmitteln, ausgewählt werden.
- 15
- 20 12. Pigmentpräparationen nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass das Dispergieraggregat ein Knetter ist.
- 25 13. Verfahren zur Herstellung von Pigmentpräparationen gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12 durch Vermischen ihrer Bestandteile (A) und (B) sowie gegebenenfalls (C) und/oder (D), dadurch gekennzeichnet, dass man
- (1) in einem ersten Verfahrensschritt in einem Dispergieraggregat
- 30 - das Pigment oder die Pigmente (A) oder

- das Pigment oder die Pigmente (A) und mindestens einen Bestandteil (D)

In der Schmelze

- des Trägermaterials oder der Trägermaterialien (B) oder
- des Trägermaterials oder der Trägermaterialien (B) und mindestens eines Bestandteils (D)

bei einem Leistungseintrag von 0,1 bis 1 kW/kg während einer Zeit von 0,5 bis 5 Stunden dispergiert, wonach man

- (2) In einem zweiten Verfahrensschritt die resultierende Mischung (A/B) oder (A/B/D) aus dem Dispergieraggregat austrägt und sich abkühlen und verfestigen lässt.

14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass man

- (3) die verfestigte Mischung (A/B) oder (A/B/D) pulverisiert.

15. Verfahren nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, dass man

- (4) die verfestigte Mischung (A/B) oder (A/B/D) in mindestens einem organischen Lösemittel (C) dispergiert.

16. Verwendung der Pigmentpräparationen gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12 und der nach dem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 13 bis 15 hergestellten Pigmentpräparationen für die Herstellung oder das Nachtönen von pigmentierten Pulvern und flüssigen

Beschichtungsstoffen auf der Basis von organischen Lösemitteln (konventionelle Beschichtungsstoffe) sowie für die Herstellung von Mischsystemen.

- 5 17. Verwendung nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, dass die Mischsysteme der Herstellung und/oder der nachträglichen Tönung von Pulvern und konventionellen Beschichtungsstoffen dienen.
18. Verwendung nach Anspruch 16 oder 17, dadurch gekennzeichnet, dass die Mischsysteme
- (I) mindestens zwei Einstellmodule, jeweils umfassend eine Dispersion gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12 oder mindestens eine Dispersion, hergestellt nach dem Verfahren gemäß Anspruch 15, und
- 15
- (II) mindestens einen Feststoffmodul, umfassend pigmentierte oder nicht pigmentierte, dimensionsstabile Pulver.
- 20 19. Verwendung nach einem der Ansprüche 16 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass die Oligomeren und Polymeren (B) mit den in den Pulvern vorliegenden Bindemitteln identisch sind.
20. Verwendung nach einem der Ansprüche 16 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass die Herstellung und/oder die nachträgliche Tönung der Pulver anhand eines Farbmischformel-Systems vorgenommen wird.
- 25

21. Verwendung nach einem der Ansprüche 16 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass die Pulver Kunststoffgranulate oder Pulverlacke sind.

5 22. Verwendung nach einem der Ansprüche 16 bis 21, dadurch gekennzeichnet, dass

a) die pigmentierten Pulverlacke und konventionellen Beschichtungsstoffe der

- Erstlackierung von Karosserien von Fortbewegungsmitteln, inklusive Fluggeräte, Schienenfahrzeuge, Wasserfahrzeuge, mit Muskelkraft betriebene Fahrzeuge und Kraftfahrzeuge, im Innen- und Außenbereich sowie Teilen hiervon,
- der Lackierung von Bauwerken im Innen- und Außenbereich,
- der Lackierung von Türen, Fenstern, Möbeln und Glashohlkörpern,
- der Beschichtung von Röhren (Pipelines),
- der industriellen Lackierung, inklusive Coil Coating, Container Coating sowie der Imprägnierung und/oder Beschichtung mechanischer, optischer und elektrotechnischer Bauteile;
- der Lackierung von weißer Ware, inklusive Haushaltsgeräte, Heizkessel und Radiatoren; sowie
- der Lackierung von Flanschen, Armaturen, Wandgarderoben, Bettgestellen, Isolationskästen, Zaunpfählen, Gartenmöbeln, Leitplanken, Straßenschildern, Einkaufskörben, Einsätzen für

15

20

25

30

**Geschirrspüler, Bremszylindern, Laborausstattungen
und Chemieanlagen und**

**b) die pigmentierten Kunststoffgranulate der Herstellung von
Formteilen und Folien**

5

dienen.

Zusammenfassung

Feste Pigmentpräparationen, enthaltend

- 5 (A) mindestens ein Pigment in höherer Konzentration, als es der späteren Anwendung entspricht, und
- (B) mindestens ein Trägermaterial, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Oligomeren und Polymeren, die eine Glasübergangstemperatur $> 30^{\circ}\text{C}$ und einen Schmelzpunkt oder Schmelzbereich unterhalb ihrer Zersetzungstemperatur aufweisen,

- herstellbar, indem man in einem diskontinuierliche arbeitenden Dispergieraggregat das Pigment oder die Pigmente (A) oder das Pigment oder die Pigmente (A) und mindestens einen Bestandteil (D) in der Schmelze des Trägermaterials oder der Trägermaterialien (B) oder in der Schmelze des Trägermaterials oder der Trägermaterialien (B) und mindestens eines Bestandteils (D) bei einem Leistungseintrag von 0,1 bis 1,0 kW/kg während einer Zeit von 0,5 bis 5 Stunden dispergiert, wonach man die Mischung (A/B)
- 15 oder (A/B/D) aus dem Dispergieraggregat austrägt und sich abkühlen und
- 20 verfestigen lässt;

Verfahren zu ihrer Herstellung ihre Verwendung.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.